

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-155478

(43)Date of publication of application : 30.05.2003

---

(51)Int.Cl.

C09K 11/59

C09K 11/08

---

(21)Application number : 2001-355897

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICALS CORP

(22)Date of filing : 21.11.2001

(72)Inventor : MORI HIROSHI  
SUGURO YOSHIO  
YAMAGUCHI TAKASHI

---

(54) FLUORESCENT SILICA GEL AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain without using toxic substances a phosphor which emits white luminescence even by an excitation wave having a long wavelength and is excellent in serviceability and processing characteristics, and to provide a simpler method for manufacturing a fluorescent silica gel which realizes high productivity and dispenses with expensive additives.

SOLUTION: The fluorescent silica gel has the following characteristics: (a) it has a specific surface area of 100 m<sup>2</sup> or less; (b) it has a carbon content of 0.05-0.5 wt.%; (c) it emits fluorescence when irradiated with an electromagnetic wave having a wavelength of 250-450 nm; and (d) the degree of change in intensity of the fluorescence is at most 50% for at least one fluorescent wavelength when the wavelength of the irradiated electromagnetic wave is changed between 250-450 nm.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2003-155478  
(P2003-155478A)

(43) 公開日 平成15年5月30日 (2003.5.30)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	データベース* (参考)
C 0 9 K 11/59 11/08	CPB	C 0 9 K 11/59 11/08	CPB 4 H 0 0 1 A

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-355897 (P2001-355897)

(22) 出願日 平成13年11月21日 (2001.11.21)

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 森 寛

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番1号

三菱化学株式会社内

(72) 発明者 勝呂 芳雄

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 三

菱化学株式会社内

(74) 代理人 100103997

弁理士 長谷川 曉司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 蛍光シリカゲルおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 波長が長い励起波でも白色蛍光を発し、且つ有毒物質を用いない、実用性、加工特性に優れた蛍光体、及びより簡便で、高価な添加物等を用いない、生産性の良い蛍光シリカゲルの製造方法を提供する。

【解決する手段】 下記物性を有する蛍光シリカゲル。

a) 比表面積が100m<sup>2</sup>/g以下。

b) 炭素含有量が0.05~0.5重量%。

c) 波長250~450nmの電磁波照射により蛍光を発する。

d) 照射する電磁波波長を250~450nmの間で変化させた際、少なくとも一つの蛍光波長における蛍光の強度変化率が50%以下である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記物性を有する蛍光シリカゲル。

- a) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以下。
- b) 炭素含有量が $0.05\sim0.5$ 重量%。
- c) 波長 $250\sim450\text{ nm}$ の電磁波照射により蛍光を発する。
- d) 照射する電磁波波長を $250\sim450\text{ nm}$ の間で変化させた際、少なくとも一つの蛍光波長における蛍光の強度変化率が $50\%$ 以下である。

【請求項2】 比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることを特徴とする請求項1に記載の蛍光シリカゲル。

【請求項3】 少なくとも波長領域 $400\sim700\text{ nm}$ の $60\%$ 以上において蛍光スペクトルを有することを特徴とする請求項1または2に記載の蛍光シリカゲル。

【請求項4】 照射する電磁波波長を $250\sim400\text{ nm}$ の間で変化させた際、波長 $540\text{ nm}$ の蛍光強度変化率が $50\%$ 以下であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の蛍光シリカゲル。

【請求項5】 蛍光強度変化率が $40\%$ 以下であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の蛍光シリカゲル。

【請求項6】 水/テトラアルコキシシランのモル比が4以下で且つ、 $40^\circ\text{C}$ 以下の条件下でテトラアルコキシシランを加水分解縮合し、次いでテトラアルコキシシラン加水分解縮合物を加水分解縮合する工程温度以下で熱成させた後、 $650^\circ\text{C}$ 以下の条件下で乾燥させる蛍光シリカゲルの製造方法。

【請求項7】 熱成温度が $25^\circ\text{C}$ 以下であることを特徴とする請求項6に記載の製造方法。

【請求項8】 加水分解縮合反応を無触媒条件下で行うことを特徴とする請求項6または7に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は特定波長の紫外線を照射することで蛍光を発する新規なシリカゲル、および蛍光を発するシリカゲルの製造方法に関する。詳しくは、各種ディスプレイやその他電子機器等の照明に用いられる、安定で高度に白色蛍光を発する蛍光シリカゲル、および生産性の良い蛍光シリカゲルの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】蛍光灯は、情報表示装置（ディスプレイ）等のバックライトや室内照明用に多用されており、その形状は蛍光体を封入した管状をとるのが一般的である。このような蛍光灯に用いられる蛍光体としては、金属酸化物等の様に一つの特定波長の蛍光を発するものを複数種組み合わせ用い、白色光に近い光を得ている。

【0003】一方、蛍光体を励起させ蛍光を発生させるため電磁波（励起波）として、一般的に短波長の紫外線が使われている。またこの励起波発生仕組みは、蛍光

体を含む管内で水銀蒸気プラズマを放電させることによっている。但しこの様な従来の無機蛍光体は良好な蛍光特性を有しているものの、加工性が低く、例えば光通信に用いられるファイバーケーブル等への成型や複雑な形状をもつ基板への均一な層として設けることは困難であった。

【0004】また従来からの蛍光体の中には、希土類錯体の様に空気中の湿度等の影響によって失活し易いものがあり、蛍光管中から外気を排除するための技術も報告されている。例えば特開平9-227861号公報にはゾルゲル法によって固体マトリックス内に導入することで、蛍光体と外気とを効果的に遮断し、希土類錯体本来の良好な蛍光特性に加え、固体マトリックスに起因する強靱さと成型加工性とを兼ね備えた発光材料を製造する技術が記載されている。

【0005】但しこのような蛍光体であっても、励起波長として紫外線領域の電磁波を使用するのでエネルギー負荷が大きいという問題があった。また従来からの蛍光灯に用いられる蛍光体の殆どが複雑な組成の蛍光体を使用しており、且つ環境的に有毒な銀、カドミウム、ゲルマニウム、あるいは希土類元素が一般的に用いられている。

【0006】この様な実状から、低エネルギーの光源による励起光で発光し、毒性が低く、環境負荷の少ない、且つ単独で白色蛍光を発する蛍光体が望まれていた。特に近年では、単独で白色に近い蛍光を発する物質、即ち蛍光が凡そ $400\sim700\text{ nm}$ の可視光領域に幅広く多数現れる蛍光体が特に求められており、例えばディスプレイのバックライト等などではその要望が強くなっている。

【0007】これを解決すべく、例えば比較的長波長の励起光 $365\text{ nm}$ で蛍光を発するシリカ粒子がscience, vol. 276, P1826 (1997)に報告されている。そのシリカゲルは、テトラアルコキシシランと様々な有機カルボン酸からゾルゲル反応によって合成され、この方法によれば蛍光強度が増大し、実質的な蛍光体として機能すること等が記述されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者がこの様な蛍光シリカゲルの製造を検討したところ、臭気が強い、高価なカルボン酸類を合成時に多量に用いる必要があり、実用的な製造方法とはなり得なかった。またシリカゲルを得る乾燥工程でこのカルボン酸類が発生するので、カルボン酸が装置腐食性を有するために、工業レベルでの製造には適していないことが判明した。この為単独で、そして波長が長い励起波でも白色蛍光を発し、且つ湿度等の影響を受けにくい実用性、有毒物質を用いず、また臭気問題等を抑えた低環境負荷性、更には基材等への塗布性（塗膜形成性）の加工性が良好で、得られた成形体が高強靱性を有する蛍光体が望まれてい

た。

【0009】尚、先述の文献には、アルコキシシランのみを加水分解縮合して得たシリカゲルが蛍光を発するが、その強度が極めて弱く、蛍光体を合成する方法として適さないとの記載が紹介されている。その為、より簡便で、高価な添加物等を用いない、生産性の良い蛍光シリカゲルの製造方法も望まれていた。

【0010】

【課題を解決するための手段】このような実状を鑑みて本発明者らが鋭意検討した結果、炭素を含有するシリカゲルにおいて、このシリカゲルの比表面積を特定以下とし、且つ炭素含有量を特定範囲内とすることで、有機カルボン酸等の添加物を用いずとも、従来の様な、添加物を用いない蛍光シリカゲルに比べて優れた白色蛍光を発し、且つ高純度で臭気等の問題のない蛍光シリカゲルとなることを見出した。

【0011】またこの蛍光シリカゲルは、照射する励起波の波長を250～450nmの間で変化させた際に、任意の一つの蛍光波長における蛍光の強度変化率が40%以下であり、励起波波長が可視光近傍であっても、充分な蛍光強度を有することをも見出した。そしてこの様な蛍光シリカゲルは、意外にも、特定の水／テトラアルコキシシラン重量比、及び特定温度条件下で得られたテトラアルコキシシラン加水分解縮合物を、加水分解縮合温度以下で熟成させ、次いで低温で乾燥させるという、容易な方法によって製造出来ることを見出し、本発明を完成させた。

【0012】つまり本発明の要旨は、下記物性(a)～(d)を有する蛍光シリカゲルに存する。

- a) 比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以下。
- b) 炭素含有量が0.05～0.5重量%。
- c) 波長250～450nmの電磁波照射により蛍光を発する。
- d) 照射する電磁波波長を250～450nmの間で変化させた際、少なくとも一つの蛍光波長における蛍光の強度変化率が50%以下である。

【0013】また本発明の今ひとつの要旨は、水／テトラアルコキシシランのモル比が4以下で且つ、40℃以下の条件下でテトラアルコキシシランを加水分解縮合し、次いでテトラアルコキシシラン加水分解縮合物を加水分解縮合する工程温度以下、好ましくは25℃以下で熟成させた後、650℃以下の条件下で乾燥させる、蛍光シリカゲルの製造方法に存する。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。まず、本発明の蛍光シリカゲルについて説明する。本発明の蛍光シリカゲルは比表面積が $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であり、中でも $75\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、更には $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、特に $30\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることが好ましい。比表面積は小さいほど、より強く蛍光を発生するので好まし

いが、生産性や製造条件等から通常は $5\sim100\text{ m}^2/\text{g}$ の範囲であればよい。比表面積が大きすぎると、蛍光強度が不十分となる場合がある。

【0015】本発明の蛍光シリカゲルにおける炭素含有量は、0.05～0.5重量%である。中でも0.07～0.3重量%、特に0.1～0.3重量%であることが好ましい。炭素含有量が多すぎても、また少なすぎても蛍光強度が不十分となる場合がある。また本発明のシリカゲル粒子からなるシリカゲル粉においては、800℃・15分の条件下での加熱後、シリカゲル粉全重量の30重量%以上、中でも40重量%以上、特に50重量%以上の粒子が、茶色乃至は黒色に変色することが好ましい。これは含有されている炭素によるものと考えられ、着色粒子が多いことは蛍光を発する構造が比例して多いことと関係する。少なすぎると蛍光強度が不十分となる場合がある。

【0016】本発明の蛍光シリカゲルは、励起波として波長250～450nmの電磁波を照射することにより、蛍光を発する。励起波波長スペクトルは250～450nmの範囲内であれば単一波長でも複数の波長成分からなるものでもよい。発する蛍光は白色、薄黄色、薄桃色等、比表面積や炭素含有量及び後述する製造方法を任意に選択することで調整できる。中でも本発明の蛍光シリカゲルは、波長領域400～700nmの60%以上の領域において蛍光スペクトルを有するので、充分な強度の白色蛍光を発するので好ましい。60%以上の波長領域で蛍光を発生する状態とは、全波長にわたって発光しても良いし、よりエネルギー効率が高いといわれる、赤、青、緑の3色に対応する波長の光が重点的に発光する状態も好ましい。

【0017】また本発明の蛍光シリカゲルは、励起波波長を250～450nmの間で変化させた際、少なくとも一つの蛍光波長、中でも540nmの蛍光の強度変化率が50%以下、特に40%以下となることが好ましい。この変化率を40%以下とすることで、400nm近傍の可視光領域の励起波でも充分な強度の蛍光を発することが可能となる。

【0018】本発明の蛍光シリカゲルから蛍光を発生させる為の光源は任意である。例えば極大波長365nmの紫外線発光ランプ（ブラックライト）や、Ga N系等の紫外線発光ダイオードや紫外線発光レーザー、又は可視光、好ましくは400nm近傍の光を発する光源等が、励起光光源として挙げられる。また発せられた蛍光の発色状態は種々の方法で観察することができる。例えば目視で色合いを観察する方法や、蛍光分光光度計に蛍光スペクトルを得る方法などがある。

【0019】本発明の蛍光シリカゲルの製造方法は任意であるが、以下に述べる製造方法が、簡便且つ生産性がよいので好ましい。次に本発明の蛍光シリカゲルの製造方法について述べる。本発明の蛍光シリカゲルの製造方

法では、加水分解縮合させるテトラアルコキシシランのモル数に対する、使用する水のモル数の比（水／テトラアルコキシシランのモル比）を4以下とし、且つ40℃以下の条件下でテトラアルコキシシランの加水分解縮合を行う。

【0020】加水分解縮合に用いられるアルコキシシラン（シリコンアルコキシド）としては、任意のアルコキシシランを用いることが出来る。例えばトリメトキシシラン、テトラメトキシシラン、トリエトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブ

トキシシランなど、炭素数1～4のアルコキシ基を有する、トリ若しくはテトラアルコキシシラン及び／又はそのオリゴマーが挙げられる。中でもテトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン及び／又はそのオリゴマーを用いるのが好ましい。シリコンアルコキシドは蒸留により容易に精製し得るので、高純度のシリカゲルの原料として好適である。得られるシリカゲルの金属不純物は、蛍光特性を増幅するもの以外は性能に影響するため、少ないことが好ましく、中でも全金属不純物濃度が500ppm以下であることが好ましい。

【0021】シリコンアルコキシドの加水分解縮合は、水／テトラアルコキシシランのモル比を4以下、好ましくは3.8以下とする。この比は4以下であれば任意の比率を適宜選択すればよいが、通常、下限は2である。シリコンアルコキシドと水との混合は、水にシリコンアルコキシドを加えても、又その逆でもよいが、水にシリコンアルコキシドを混合する方が、得られる蛍光シリカゲルの比表面積を低下させやすいので好ましい。シリコンアルコキシドを水に混合する速度は適宜選択すればよいが、比較的緩やかに混合させることで、得られる蛍光シリカゲルの比表面積を低下させやすいので好ましい。

【0022】シリコンアルコキシドの加水分解縮合反応は40℃以下であればよく、中でも35℃以下、更には25℃以下、特に20℃以下で行うことが好ましい。反応温度が高すぎると、比表面積が大きくなり蛍光特性が悪化する場合がある。また低すぎても反応速度が遅くなる場合があるので、通常は0～40℃の範囲であればよい。

【0023】なおシリコンアルコキシドの加水分解縮合反応には、触媒として酸又はアルカリを添加すると加水分解が促進されるので、本発明の効果を妨げない範囲で使用してもよいし、使用しなくてもよい。中でも、触媒を用いずにシリコンアルコキシドの加水分解縮合を行うと、得られる蛍光シリカゲルの均一性が良好となるので好ましい。触媒を用いずに加水分解縮合反応を行う際には、シリコンアルコキシドとしてテトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン又はそのオリゴマーを用いるのが好ましく、中でもテトラメトキシシラン及び／又はそのオリゴマーを用いるのが好ましい。加水分解縮合反応後、得られた反応物は、液体または固体であるが、

通常は液体である。

【0024】本発明の蛍光シリカゲルの製造方法においては、加水分解縮合反応を経て得られた反応物を、加水分解縮合反応の温度以下で熟成させる。熟成温度は加水分解縮合反応の温度以下であれば任意であるが、加水分解縮合反応の温度が高い場合には、熟成温度を低く、中でも25℃以下、更には15℃以下、特に10℃以下とするのが好ましい。加水分解縮合反応の温度が、例えば30℃程度の比較的高い温度の際には、熟成温度を15℃以下にするのが好ましい。

【0025】熟成時間は適宜選択すればよいが、中でも1時間以上、更には3時間以上、特に5時間以上熟成させることが好ましい。熟成時間を長く取りすぎると生産性が低下するので、通常は1～100時間の範囲内であればよい。熟成後、得られたシリカゲルは、液体または固体であるが、通常は固体である。通常、熟成が進行するにつれて、液体から固体へと変化するので、加水分解縮合反応物または軽度なその熟成物がまだ液体の状態の時点で、任意の成形を行ってから、さらに熟成を進行させることができる。この方法によって、例えば、膜状、薄膜状、任意の形態のインゴット状（例えば板状、棒状、球状、繊維状など）等の蛍光シリカゲルの成形体を作ることができる。

【0026】そして熟成後、シリカゲルを650℃以下、好ましくは600℃以下の条件下で乾燥させることで、蛍光シリカゲルを得る。乾燥温度が高すぎると蛍光強度が減少する場合があります、また低すぎても所望の蛍光特性が得られない場合がある。よって通常、乾燥温度は100～650℃の範囲内であればよい。この条件下で乾燥することによって、①加水分解によって発生したアルコール類と水をシリカ組成物から除去してシリカゲルとすること、及び②蛍光中心を活性化すること、という2つの目的を達成する。

【0027】上述①の目的のためには、乾燥温度を300℃以下、更には250℃以下、特に200℃以下で行うことが好ましく、また乾燥は常圧または減圧下で行うことが好ましい。また上述②の目的のためには、乾燥温度を300℃を超え650℃以下、中でも350℃～600℃で行うことが好ましく、また乾燥は常圧または減圧下で行うことが好ましい。更に②の目的のためには蛍光シリカゲルの比表面積を効率的に低下させるため、水蒸気分圧を高めたガス雰囲気下で乾燥させることもできる。また微量のアンモニアガスなどを作用させることも比表面積を低下させるので好ましい。また、炭素を含む化合物を含有するガス雰囲気中で熱処理を行うことも、シリカゲル中の炭素含有量を適正な範囲に保ち、結果的には優れた蛍光特性を示すために、好ましい。炭素を含む化合物としては任意のものを使用できる。通常は、二酸化炭素、一酸化炭素、メタン、エタン、エチレン、プロピレン、メタノール、エタノール、プロパノール等を

用いることができる。

【0028】①と②の目的を達成するための乾燥手順としては、例えば乾燥を二段階に分けて各々別々に行い、この際、加熱乾燥後に一旦室温まで冷却してから、再度加熱乾燥を行う方法が挙げられる。この際には、①、②の何れの目的の乾燥操作をを先行させてもよい。また冷却しないで、連続的に行う方法も挙げられる。例えば①の目的のための乾燥に引き続いて温度を上昇させて②の目的のための乾燥を連続的に行う手順が挙げられる。本発明においてはこの様に、①と②を組み合わせた連続的に乾燥を行うことが好ましい。

【0029】本発明の蛍光シリカゲルが蛍光を発する理由に関しては、よくわかっていない点が多いが、次のように考えられる。ガラス状のシリカゲルのネットワークに炭素化合物（二酸化炭素のようなものが推定される）がシリカゲル骨格の珪素原子（Si）を同型置換する形で閉じこめられ、この構造が紫外線を受けると、この閉じこめられた炭素化合物の炭素酸素あるいは珪素酸素の化学結合が切断され図に示すような励起状態になる。この励起状態が元の規定状態の構造に戻る時に蛍光を発するものと推定される。すなわち、蛍光中心はシリカゲルに取り込まれた炭素化合物と考えられる。（図1を参照）。

【0030】

【実施例】以下に実施例を示し、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

【実施例1】5リットルのジャケット付きガラス反応器に、5℃に冷却したテトラメトキシシラン1500gの全量を一気に仕込み、100rpmで攪拌した。続いて5℃に冷却した純水621gをこれに注ぎ、仕込んだ。このとき、ジャケットには5℃の冷水を通液した。

【0031】攪拌を続けると、反応温度は最高で12℃まで上昇した。反応液が均一なゾルになったところで攪拌を停止し、内容物をふた付きのポリエチレン製の容器に移した。この容器を5℃に保った冷蔵庫に48時間保存したところ、内容物はゲル化して固まっていた。このゲルを容器から取り出し、こぶし大の大きさに粗粉碎した後、ナイロンの網を目通して平均粒径が約500μmの粉末に粉碎した。これを石英製のバットに敷き詰め、110℃で真空乾燥を行った後、空気を流通させた電気炉内で400℃で1時間乾燥を行い、シリカゲルを得た。

【0032】この様にして得られたシリカゲルの一部を、比表面積を求めるために窒素吸着BET法によって測定したところ、25m<sup>2</sup>/gであった。またシリカゲルの一部を1450℃で燃焼させて得られたガスを定量して全炭素量を調べたところ、シリカゲル中の炭素含有量は0.15重量%であった。さらにシリカゲルの一部を石英ビーカーに20g取り、800℃に加熱した電気

炉に投入し、15分間保持した後にそのビーカーを取り出して、内容物中の黒い粒子（着色粒子）を分別し、秤量して元のシリカゲル中の重量百分率を求めたところ、63重量%であった。

【0033】紫外線ランプ（スペクトロニクスコーポレーション製ブラックライト、Maxima3500、中心波長365nm）を用いて、暗室の中で紫外線を照射しても蛍光を発しない容器または黒色の台または皿状の容器に、シリカゲルの一部を薄く広げて蛍光を発する粒子を観察したところ、シリカゲルが蛍光を発し、蛍光色としては白色であった。

【0034】またシリカゲルの一部に、光源としてキセノンランプを使用し、回折格子分光器で分光して得た245nmの励起波を照射し、本発明の蛍光シリカゲルが発する蛍光スペクトルを回折格子分光器と光電子増倍管からなる検出器を用いて蛍光スペクトルを測定した。結果を図2の①に示す。また同様の装置を用いて、検出蛍光波長を540nmとし、用いる励起波波長を240～450nmまで変化させた際の、同蛍光の強度変化を測定した。結果を図2の②に示す。

【0035】これら二つの結果を示した図2の①②から明らかなように、本発明の蛍光シリカゲルは可視光領域において十分な蛍光を発し、且つ励起波波長を長波長側へ変化させても、蛍光波の強度変化が少なく、優れた蛍光発生能を示すことが判る。

【比較例1】5リットルのジャケット付きガラス反応器に純水1500gを仕込み、続いてテトラメトキシシランを2500gを100リットル/hの供給速度で仕込んだ。このとき、ジャケットには50℃の温水を通液した。100rpmで攪拌を続け、反応温度は反応系内の沸点（65℃以上）まで上昇した。反応液が均一なゾルになった時点で攪拌を停止し、40分間放置したところ温度は50℃まで下がり、内容物はゲル化して固まっていた。ゲルを容器から取り出し、こぶし大の大きさに粗粉碎した後、ナイロンの網を目通して、平均粒径が約500μmの粉末に粉碎した。これを石英製のバットに敷き詰め、空気を流通させた電気炉内で550℃で1時間乾燥を行い、シリカゲルを得た。

【0036】この様にして得られたシリカゲルの一部を、比表面積を求めるために窒素吸着BET法によって測定したところ、765m<sup>2</sup>/gであった。またシリカゲルの一部を1000℃で燃焼させて得られたガスを定量して全炭素量を調べたところ、シリカゲル中の炭素含有量は0.01重量%であった。さらにシリカゲルの一部を石英ビーカーに20g取り、800℃に加熱した電気炉に投入し、15分間保持した後にそのビーカーを取り出して、内容物中の黒い粒子（着色粒子）を分別し、秤量して元のシリカゲル中の重量百分率を求めたところ、0.1重量%未満であった。

【0037】そして実施例1と同様の方法で蛍光を発す

る粒子を観察したところ、蛍光を発する粒子は見あた  
なかった。

【0038】

【発明の効果】本発明の蛍光シリカゲルは、波長が長い  
励起波でも白色蛍光を発し、且つ有毒物質を用いない、  
実用性、加工特性に優れた蛍光体である。また本発明の  
蛍光シリカゲルの製造方法を用いることで、より簡便 \*

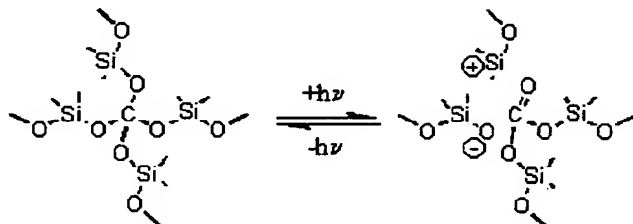
\*で、且つ高価な添加物等を用いない、生産性の良い蛍光  
シリカゲルの製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

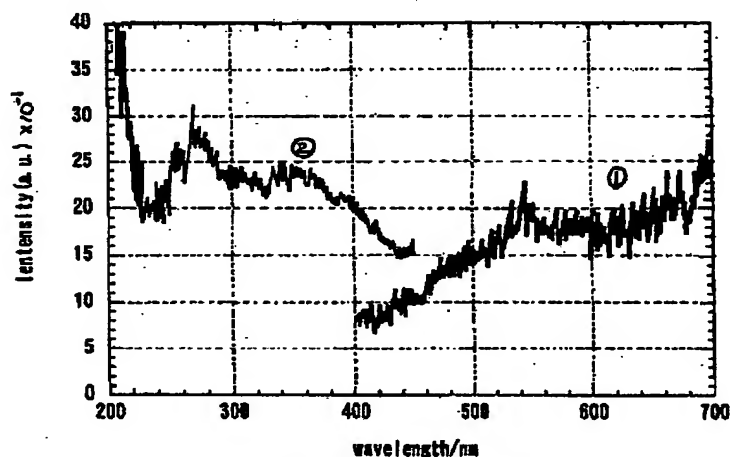
【図1】 図1は、本発明の蛍光シリカゲルの概念図で  
ある。

【図2】 図2は、本発明の蛍光シリカゲルが発する蛍  
光ピークを示したものである。

【図1】



【図2】



シリカゲルのスペクトル測定

フロントページの続き

(72)発明者 山口 隆  
福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番1号  
三菱化学株式会社内

Fターム(参考) 4H001 CA02 CA07 CF01 XA08 XA14